

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 57-187395

(43)Date of publication of application : 18.11.1982

(51)Int.Cl.

C10M 3/04
// B21B 25/04
C10M 1/28
C10M 1/34

(21)Application number : 56-071321

(71)Applicant : NIPPON KOKAN KK <NKK>
COSMO CO LTD

(22)Date of filing : 14.05.1981

(72)Inventor : SANO SHIGERU
OHASHI MASAO
ONO TATSUO
TANAKA KAZUO
MORI SHIZUO
YOSHIDA TAKAO

(54) LUBRICANT FOR HIGH TEMPERATURE ROLLING

(57)Abstract:

PURPOSE: A lubricant for high temp. rolling with improved workability, lubricating properties, smoking properties, storage stability, etc. suitable for the hot rolling of a seamless steel pipe, etc. which is obtd. by compounding an aq. dispersion of a fine graphite powder with a specified ammonium salt of a polymer or an oil.

CONSTITUTION: 8W40wt% fine graphite powder, 90W10wt% water and 2W 50wt% at least one selected from ammonium salts of a styrene/maleic acid copolymer, polyacrylic acid, Turkey red oil and amino carboxylic acid, e.g., ammonium N-laurylaminoacetate, are mixed. The purpose lubricant for high temp. rolling is obtd. by adjusting plt of the obtd. aq. dispersion to 8W11. Thus the graphite is present as a stable and homogeneous dispersion in the aq. medium and adheres to a surface for lubrication as a viscous filmy coat when used, being prevented from separating or peeling prior to rolling.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-187395

⑮ Int. Cl.³
C 10 M 3/04
B 21 B 25/04
C 10 M 1/28
1/34

識別記号

庁内整理番号
7144-4H
7605-4E
2115-4H
2115-4H

⑯ 公開 昭和57年(1982)11月18日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑰ 高温用圧延潤滑剤

⑱ 特 願 昭56-71321

⑲ 出 願 昭56(1981)5月14日

⑳ 発 明 者 佐野茂
横須賀市湘南鷹取2-9-18

㉑ 発 明 者 大橋雅夫
横浜市港南区芹が谷1-19-19

㉒ 発 明 者 小野達雄
横浜市保土谷区新井町229-7

㉓ 発 明 者 田中和雄
横浜市戸塚区上矢部町1776-8

㉔ 発 明 者 森静男
横浜市戸塚区元大橋1-6-24

㉕ 発 明 者 吉田隆夫
野田市岩名1丁目57番地18

㉖ 出 願 人 日本鋼管株式会社
東京都千代田区丸の内1丁目1
番2号

㉗ 出 願 人 丸善石油株式会社
大阪市南区長堀橋筋1丁目3番
地

㉘ 代 理 人 弁理士 佐藤正年 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

高温用圧延潤滑剤

2. 特許請求の範囲

黒鉛微粉末8~40(重量)部と水10~90(重量)部からなる水性分散系に、ステレン・マレイン酸共重合体アンモニウム塩、ポリアクリル酸アンモニウム塩、ロート酸アンモニウム塩、非置換もしくは置換アミノカルボン酸アンモニウム塩のうち1種又は2種以上の2~50(重量)部を配合して得られる水性分散系溶液をpH8~11に調整してなることを特徴とする高温用圧延潤滑剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、熱間圧延用潤滑剤に關し、さらに詳記すると、鋼材の圧延引抜きや鍛造加工などの金属加工、特に縫目無鋼管の熱間圧延(マンドレルミルによる加工)に關する高温用圧延潤滑剤に關するものである。

マンドレルミルは、鋼片加熱炉で加熱した角又

は丸鋼片を穿孔機により中空に穿孔された素管に、潤滑剤を塗布したマンドレルバーを挿入し、互いに直交した8~9台の連続スタンドに挿入することにより、所定の外径・肉厚・長さの縫目無鋼管を得る圧延方式であり、圧延後マンドレルバーは圧延ライン上又は別ラインに移送後圧延材から引抜かれる。この場合、マンドレルバーに塗布される潤滑剤は、該マンドレルバーと素管との間の摩擦係数を低下させることにより、バーと素管の焼付き防止、仕上り管の外径・肉厚分布を良好にする、圧延所受動力の軽減、マンドレルバーの圧延材からの引抜きを容易ならしめかつそのための引抜動力の軽減を図るためのものである。

従来、斯かるマンドレルミル用潤滑剤としては、固形潤滑剤例えば黒鉛、ベントナイト、酸化モリブデン、ガラス粉末、蠟母などを極圧剤、乳化剤及び/又は水を添加した鉱物油やアスファルトと共に乳化した液状組成物が広く使用されて来た。しかしながら、乳化液中に黒鉛が配合されると、黒鉛の吸着力によつて乳化破壊あるいは固水分離

などの現象を引起したりして、潤滑剤としての分散安定性及び潤滑性能を低下させるのみならず、常時約900～1200℃程度の高温雰囲気下に曝される圧延作業では、鉱物油、アスファルトなどを配合した潤滑剤を使用すると、その大部分は燃焼し、多量の黒煙を放出するので、作業環境、公害上好ましくないという問題があつた。

その後、鉱物油アスファルトなどを配合せず、その代りに高分子系化合物に分散剤又は懸濁剤及び無機系塩類などを配合した、いわゆる非鉱油系潤滑剤に関するものが提案されているけれども、これらの非鉱油系潤滑剤は、黒鉛の水中における分散性或いは潤滑面への付着性に有効な効果をもたらすが、次のような点において必ずしも満足でない。すなわち、上記の潤滑剤組成物を圧延剤として水に分散せしめた時点で直ちに使用すれば、左程分散性に問題はないが、鋼管製造工程の事情によつては必ずしも直ちに使用されとは限らず、水に分散せしめた状態のまま長期間、放置保存すると、分散液中に存在する黒鉛は下層により多く

集積して上下層の濃度差が生じ、極端な場合は黒鉛が鍋て下層部へ沈降してしまうなどのことがあつて、使用上著しく支障をきたすという問題があつた。

又、継目無鋼管の圧延工程においては、ロール冷却水が大量に吹き付けられるし、マンドレルバーは圧延毎に冷却水の入った槽中を通すことにより、熱せられたマンドレルバーを冷却する操作が繰返されるが、塗布された潤滑剤が大量の水と接触した場合には従来の潤滑剤は耐水性に乏しく、折角塗布された潤滑剤が剝離されてしまうので、所定の潤滑効果が得られない欠点があつた。

本発明者らは、上記の諸問題に着目し、種々研究を重ねた結果、特定のアンモニウム塩化合物を配合することにより、潤滑剤中の黒鉛が潤滑面に粘着なフィルム状被膜として展着し、しかも圧延作業前に塗布された該潤滑剤の脱落や剝離がなく、また圧延作業前に大量の冷却水に浸された場合、マンドレルバーに塗布された潤滑剤が素早く離水展着をなすと同時に、同時にしてフィルム状乾燥

被膜を形成する発煙性の少ない高温用圧延潤滑剤を見出し、本発明を完成したものである。

即ち、本発明の要旨とするところは、黒鉛微粉末8～40(重量)％と水10～90(重量)％からなる水性分散系に、スチレン・マレイン酸共重合体アンモニウム塩、ポリアクリル酸アンモニウム塩、ロート油アンモニウム塩、非置換もしくは置換アミノカルボン酸アンモニウム塩のうち1種又は2種以上を2～50(重量)％を配合して得られる水性分散系溶液を、 $\text{PH}8\sim11$ に調節してなることを特徴とする高温用圧延潤滑剤にある。

本発明の目的は、既述したように継目無鋼管の熱間圧延等の高温加工時における作業性、潤滑性、水虎剝離性、発煙性、長期貯蔵安定性等の諸性状を改善した高温用圧延潤滑剤を得ることにある。

次に、本発明の潤滑剤に使用される構成成分について具体的に説明する。

本発明における黒鉛微粉末としては、当該技術において一般的に使用される天然または人造の黒鉛を粉碎、分級、選別などの通常の手段により微

粉化されたもので、水との分散性が良好であるものが好ましい。黒鉛の配合量は全組成量に対し、8～40(重量)％の範囲が適当であるが、上記の配合範囲より少ないと本発明の目的とする効果が得られず、範囲より多くても増えた量に見合う程の効果が上らないために、この範囲とした。

又、本発明において配合される特定の高分子系化合物及び特定の油脂系物質は、これらの成分自体がアンモニウム塩化合物であることが重要で、特にスチレン・マレイン酸共重合体アンモニウム塩、ポリアクリル酸アンモニウム塩及びロート油アンモニウム塩、非置換もしくは置換アミノカルボン酸のアンモニウム塩などが適当である。

これらアンモニウム塩の原料となる炭化化合物はカルボキシ基、スルホン酸基、硫酸エステル残基等の炭基の一部例えば約60％以下がアルコール例えば炭素数1～20の1価アルコールでエステル化されたものでも、あるいは全くエステル化されていないものでもよい。アミノカルボン酸のアミノ基の水素原子は置換されていなくても、ア

ルキル基、アルケニル基等の炭化水素基やアシル基例えばラウリル基、ステアリル基、オクタデセニル基、ラウロイル基、ペルミトイル基、ステアロイル基、オレオイル基等で置換されたものでもよい。これら非置換もしくは置換アミノカルボン酸は炭素数約6〜22のものが適当であり、その例としては、N-ラウリルβ-アミノプロピオン酸、N-ステアリルβ-アミノプロピオン酸、N-ラウロイル-N-メチルβ-アミノプロピオン酸、N-ラウリルアミノ酢酸等があり、これらのアミノカルボン酸はアミノ酸両性界面活性剤として使用されているものが利用できる。本発明においては上記各種の酸をアンモニウムで中和してアンモニウム塩の形で使用するが、潤滑被膜の耐水性を害をわない範囲内で、その一部は水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アミンなどで中和してナトリウム塩、カリウム塩、アミン塩の形にして使用してもよい。

そして、これらの成分は必要に応じて1種又は2種以上を適宜選択し、黒鉛を含む水性分散系

剤に添加して使用するものである。しかして、上記各成分の配合量は、全組成物量に対し2〜50（重量）%の範囲であることが好ましく、2（重量）%未満の場合及び50（重量）%を超えた場合は黒鉛の水に対する分散性及び付着性、また水虎剥離、長期貯蔵安定性及び潤滑性において所望の効果を期待し得ない。

本発明の目的を充分に達成するためには、本発明の潤滑剤成分として上記のアンモニウム塩化合物を配合し、更にこれに過剰のアンモニア成分を加えることにより得られる混合溶液がpH8〜11のアルカリ領域内に存在することが必要である。これにより従来品に比較し、水媒体に対する黒鉛の分散性を一層高め、かつ潤滑面において密着性のある不水溶性被膜を形成するほか、既述の種々な効果を発揮するものである。

この場合、pH8未満にすると、黒鉛の分散性が低下し、またpH11を超えるとかえつて黒鉛の凝集性を促進させるので好ましくない。

又、本発明の潤滑剤を得るための別の方法とし

ては、上記のアンモニウム塩またはこれら以外にスチレン・マレイン酸共重合物、ポリアクリル酸、ロート油、非置換もしくは置換アミノカルボン酸のいずれかを含む混合溶液に適当な濃度を有するアンモニア水あるいはガス状のアンモニアを混在させることによつても、前記と同じ性能の潤滑剤が得られる。

本発明の高圧用圧延潤滑剤は、更に潤滑性効果及び作業性効果を高めるために、当該技術分野において使用されている油性剤、極圧剤及び消泡剤、例えば油脂類、エステル類、鉱油類、合成潤滑剤、塩素系及び硫黄系極圧剤、シリコーンなどの各種添加剤を適宜選択して使用しても差支えない。

本発明による高圧用圧延潤滑剤の主な効果をまとめると次の通りである。

- (1) 本来、黒鉛を水媒体中に存在せしめた場合には、安定かつ均一な分散体とはなり難く、沈降し易いという従来品の欠点を大きく改善したものである。本発明による潤滑剤は長期間安定（6ヶ月以上）に貯蔵することができ

る。

(4) 従来の潤滑油を潤滑面に供給する場合、粘度があまり高過ぎると潤滑面へ均一に塗布されず、ポンプによる循環、噴射にも支障をきたし、また反対に粘度が低過ぎると「たれ落ち」を生じ潤滑膜そのものが薄層となつて潤滑性が損われる。このため粘度範囲は約50〜1000 cpであることが必要である。本発明においては上記の粘度範囲に適合するものが得られる。

(5) 圧延潤滑作業にあつては、工具の冷却を行わしめるために、大量の冷却水が潤滑面に散水される。その際塗膜の離水展着性、乾燥性に乏しいこと、潤滑面に形成された潤滑膜は水虎され、水中に散逸したりする。このような現象に対し、本発明の潤滑剤はアンモニウム塩化合物の作用により、潤滑面の離水展着が速かに行われ、アンモニアを水中に溶解することによつて、上記の展着皮膜を不水溶性被膜に転換させる。上記の効果は潤滑部分の

温度が50〜300℃附近でなされ、特に80〜250℃の範囲内において極めて短時間にて達成される。

次に本発明の実施例を表1に、比較例を表2に各々示すが、本発明は必ずしもこれによつて限定されるものではない。

表 1

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
組成例	黒鉛	10	30	40	30.0	18
	水	87	58	45	50.2	67
	アンモニウム塩化合物その他	ポリアクリル酸アンモニウム塩 2	スチレンマレイン酸共重合体アンモニウム塩 4	スチレンマレイン共重合体アンモニウム塩 10	ポリアクリル酸アンモニウム塩 ※1 ロート酸アンモニウム塩 アンモニア } 19.8	ポリアクリル酸部分メチルエステルアンモニウム塩 ※2 10
		ロート酸アンモニウム塩 1	ポリアクリル酸アンモニウム塩 5 ロート酸アンモニウム塩 3	ポリアクリル酸アンモニウム塩 5		N-アシル-N-メチルβ-プロピオン酸アンモニウム塩 ※3 5
性	粘度 (cp/25℃)	60	300	1000	500	150
	PH	8.5	9.0	9.2	10.0	8.6
	貯蔵安定性試験 (40℃×6ヶ月)	分離なし	分離なし	分離なし	分離なし	分離なし
	熱水処理試験 (50℃) 剥離なし (150℃) 剥離なし (250℃) 剥離なし	剥離なし 剥離なし 剥離なし	剥離なし 剥離なし 剥離なし	剥離なし 剥離なし 剥離なし	剥離なし 剥離なし 剥離なし	剥離なし 剥離なし 剥離なし
状	圧縮試験 (圧縮荷重電圧)	80	50	40	50	65
	発泡性	極小	小	小	小	小
	作業性 (鉛箔・発泡性)	良好	良好	良好	良好	良好

注) ※1 黒鉛30重量部、水35重量部、ポリアクリル酸10重量部、およびロート酸(遊離酸型のもの)5重量部の混合物に、アンモニア水20重量部を添加して組成成分をアンモニウム塩としたもの。

※2 ポリアクリル酸のカルボキシル基の50%をメチルエステルとしたもののアンモニウム塩。

※3 分子式が $\text{RCN}(\text{CH}_2)_n\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOH}\cdot\text{NH}_3$ で、炭素数は16。

表 2

		比較例 A	比較例 B	比較例 C (非鉱油系市販品)	比較例 D (鉱油系)
組成例	黒鉛	10	15	25	10
	水	87	27	70	60
	アンモニウム 塩化合物、その他	牛脂脂肪酸 トリエタノールアミン塩 2	ポリアクリル酸 アンモニウム塩 23	酢酸ビニール系共重合体 4	アスファルト 25
		石油酸アンモニウム 塩 1	ロート油アンモ ニウム塩 35	ポリサツカライト 1	乳化剤 5
性状	粘度 (cp/25℃)	25	ペースト状	550	300
	PH	7.5	9.0	8.7	6.8
	貯蔵安定性試験 (40℃×6ヶ月)	分離大	分離なし	分離中程度	分離大
	塗膜水洗 剥離試験	(50℃) 剥離あり (150℃) " (250℃) "	() 剥離なし () " () "	() 剥離あり () " () "	() 剥離あり () 剥離僅かにあり () "
	圧延試験 (圧延負荷電流%)	125	80	70	100
	発泡性	極小	大	小	大
	作業性 (給油、発泡性等)	分離のため不良	ペースト状のため不良	やや不良	分離のため不良